

⑤ Int. Cl.²
B 01 J 17/10

⑥ 日本分類
10 A 41
13 (7) D 522.4

⑨ 日本国特許庁

⑪ 特許出願公告

昭50-29405

特 許 公 報

⑭ 公告 昭和50年(1975)9月23日

庁内整理番号 6616-42

発明の数 1

(全 9 頁)

1

⑮ 結晶製作装置

① 特 願 昭46-4812
② 出 願 昭46(1971)2月6日
公 開 昭47-17608
④ 昭47(1972)9月9日
⑦ 発 明 者 水谷卓之
東京都港区芝5の7の15日本電
気株式会社内
同 山本勉
同所
⑩ 出 願 人 日本電気株式会社
東京都港区芝5の7の15
⑬ 代 理 人 弁理士 内原晋

⑯ 特許請求の範囲

1 釣り鐘状の2つの回転楕円面鏡1および1'が
各々の第2の焦点 F_2 および F_2' の各々の位置的
なずれが成長させるべき結晶の直径の値以下であ
るごとく対向して設置され、上記の回転楕円面鏡20
の1および1'の第1の焦点 F_1 および F_1' の近傍
に各々1個ずつの石英ハロゲンランプ2および2'
をそれらのフラメント3および3'の中心の上記
2つの焦点 F_1 および F_1' からの位置的なずれが上
記回転楕円面鏡1および1'の回転軸に沿った方向
には上記フラメント3および3'のコイル長の1/4
以下、上記回転軸と直角方向にはフラメント3
および3'のコイル直径の1/2以下によるように、
且つ上記フラメント3および3'のコイル軸と
上記回転軸がほぼ平行であるごとく設けた加熱装
置を備え、かつ種結晶11、素材棒14を石英等
の透明な耐熱性物質から成る管40で覆う手段と、
反射鏡1および1'の内部に冷却用気体を吹き込む
手段あるいは反射鏡1および1'の内部の気体を吸
い出す手段のうち1方または両方を備えたことを35
特徴とする結晶製作装置。

2

発明の詳細な説明

結晶製作用の熱源としてタングステンランプを
使用すると次に列挙するとき理由から非常な利
益が得られる。

- 5 (a) タングステンランプは入力電圧を一定に保つ
ことによりその光出力を非常に安定に保つこ
とが可能であり、結晶成長の全期間にわたつて
組成の均一な欠陥の少ない結晶を成長させること
が可能となる。
 - 10 (b) タングステンランプは入力電圧を変化させる
ことにより光出力を自由に变化させることがで
きるので結晶成長前の徐熱、成長後の徐冷を自
由に行なうことができる。従つて、結晶内の内
部径を非常に少なくすることができる。
 - 15 (c) タングステンランプは商用交流で点燈するこ
とができるので電源装置を非常に簡単にすること
ができる。
 - (d) 純粋に光による加熱であるから結晶中に不純
物が混入する恐れが全くない。従つて、非常に
純度の高い結晶を得ることができる。
 - (e) 石英等の透明物質を透して加熱することがで
きるので結晶を石英管中に封入してその内部の
雰囲気を自由にコントロールしながら結晶を成
長させることができる。
 - 25 (f) 上記石英管を冷却しても結晶には何等影響が
及ばないので石英管からの不純物の放出を最低
に押えることができる。
- また、通常の照明用タングステンランプは寿命、
出力、ランプ寸法等の点で実用性がないのである
が、石英ハロゲンランプは下記のような特長を持
つので、石英ハロゲンランプを使用することによ
り結晶製作用熱源としての実現性が得られるので
ある。
- 石英ハロゲンランプの特長は下記の通りである。
- (i) 光出力がその寿命期間中全く変化しない。
 - (ii) 高出力で小型、長寿命である。
 - (iii) フラメントからの輻射密度が高く、高温度

3

が得られる。

また、フローティングゾーン方式の結晶製作方法には

「結晶の熔融域がいかなる物質とも接触していないので不純物の混入が全くなく純粋な結晶を得ることができる。」

という特長がある。従つて、石英ハロゲンランプを熱源として使用したフローティングゾーン方式の結晶製作装置を実現することは、結晶製作の技術に画期的かつ有効な手段を提供することになるのである。

しかし、上述のような結晶製作装置を真に実用化するためには次に述べるような3つの問題点が解決されなければならない。

① 結晶へ入射するエネルギー分布の最適化、すなわちフローティングゾーン方式による結晶製作中の熔融域の周方向に対しては入射エネルギー分布が非常に均一であることが必要であり、且つ、軸方向にはかなり狭いゾーンを形成するために比較的シャープな入射エネルギー分布を得ることが必要とされる。

② 寸法の大きな結晶を得るために結晶に照射されるエネルギー量を増大することが必要である。

③ 結晶製作の熱源のように苛酷な条件でランプを点燈すると石英ハロゲンランプと云えども寿命が著しく短縮されるのでこの点を解決することが是非必要である。

本発明は以上のような特長を持つフローティングゾーン方式の結晶製作装置を提供することを目的としているが、特に、結晶に入射するエネルギー分布が結晶製作に適したように設計された比較的高出力の実用的な結晶製作装置を提供することを目的としている。

第1図は本発明の一実施例を示し、図において1は2つの焦点 F_1 , F_2 を持つ回転楕円面鏡、1'は2つの焦点 F_1' , F_2' を持つ回転楕円面鏡であり、各々の第2の焦点 F_2 , F_2' が一致するように設けられている。

反射鏡1および1'はその回転楕円面の全体を第2の焦点 F_2 および F_2' を含む回転楕円の回転軸 F_1-F_2 および $F_1'-F_2'$ に直角な平面で切断された釣金状の反射面から成る反射鏡である。また、その反射面としては通常、耐蝕性を考慮して金めつきあるいは金蒸着が使用される。

4

2および2'は共に石英ハロゲンランプを示している。また3および3'は各々石英ハロゲンランプ2および2'のフィラメントである。石英ハロゲンランプ2および2'は各々、そのフィラメント3および3'の中心が回転楕円面鏡1および1'の第1焦点 F_1 および F_1' 上に位置するごとく設置されている。

また、4および5あるいは4'および5'は各々、石英ハロゲンランプ2あるいは2'に電力を供給するための端子である。

今、端子4と5の間および4'と5'の間に電圧 V を印加するとフィラメント3および3'が加熱されて光を発する。この光は回転楕円面鏡1および1'で反射されて各々の第2焦点 F_2 , F_2' の近傍に集中される。

さらに、11は種結晶、12は種結晶11を保持するためのチャック、13はチャック12を保持するシャフトを示す。または14は結晶の素材棒、15は素材棒を保持するためのチャック、16はチャックを保持するためのシャフトである。

第1図のように種結晶11および素材棒14の軸が一致するように鉛直に設け、種結晶と素材棒14の端面の接合部が上記の回転楕円面鏡1および1'の第2焦点 F_2 , F_2' の近傍に位置せしめることにより、上記接合部を溶解して、熔融域17を形成せしめることができる。

シャフト13はホルダー21に固定されており、回転だけ自由に行なうことができるように設けられており、モーター22、プーリー23、ベルト24、プーリー25を介して矢印のように回転している。

また、シャフト16も同様にホルダー26に固定されており、モーター27、プーリー28、ベルト29、プーリー30を介して矢印のように回転している。従つて、種結晶11と素材棒14はシャフト13、16とともに回転しそれにつれて熔融域17も回転する。このように熔融域17を回転させることにより光の集中の不均一による熔融域17の内部の温度の不均一を防止することができると同時に回転に伴う攪拌による熔融域内の組成の均一化をはかることができる。

さらに、31は移動棒、32はめねじ、33はおねじ、34は減速器、35は送りモーター、36は移動棒31の移動ガイド、37、37'、37''

5

3 7'は各々移動棒 3 1 に固定されたスライド軸受を各々示している。

おねじ 3 3 はめねじ 3 2 とかみ合っており送りモータ 3 5 を回転させて減速器 3 4 を介しておねじ 3 3 を非常にゆるやかに回転させることにより移動棒 3 1 をガイド 3 6 に沿って上下に移動させることができる。

また、シャフトホルダー 2 1 および 2 6 は移動棒 3 1 に固定されているので移動棒 3 1 を下方に移動させることによつて種結晶 1 1 と素材棒 1 4 が下方に移動し種結晶 1 1 の上に新しい結晶が成長する。

種結晶 1 1 と素材棒 1 4 は石英管 4 0 の内部に封入されており、口金 4 1, 4 2 を通して雰囲気ガスを流通させることにより種結晶 1 1 と素材棒 1 4 の周囲の雰囲気を自由に制御することができる。

このように石英管 4 0 の内部で結晶を成長させることは熔融域 1 7 に集中される光の量が約 10 % 減少する以外には何等の害をおよぼさないばかりか、逆に、次のような利益が得られる。

(I) 熔融域 1 7 からの蒸発物が反射鏡 1 および 1' の内面に付着して反射鏡の反射率を低下させる現象を防止することができる。もちろん、石英管 4 0 の内部に上記蒸発物が付着するが 1 回の成長が終る毎に内部を洗滌することができるし、洗滌によつて除去できない程度までよごれがひどくなつた場合には新しいものと交換すればよい。

(II) 後述するように石英ハロゲンランプ 2 および 2' を空冷する場合にも種結晶 1 1、素材棒 1 4 に全く影響を及ぼすことなく行なうことができる。

以上述べたような原理に基づいて本発明の装置では結晶成長が行なわれるのである。

本発明の装置は前述したタングステンランプを熱源とした結晶製作装置の特徴およびフローティングゾーン方式による結晶製作装置の特徴をすべて有することは当然であるが、その他に以下で説明するような特長をも有する。

(A) ランプを 2 つ使用しているので熔融域 1 7 に集中されるエネルギー量が大きい。

本発明の光学系の他に第 2 図および第 3 図のような光学系も結晶製作の加熱装置として使用できるが、これらの光学系を比較すると第 1 表

6

のようになる。

	ランプ	結晶に照射される全エネルギー	効率
5 本発明の光学系	2KW 石英ハロゲンランプ 2 本	195 0W	49%
10 第 2 図の光学系	2KW 石英ハロゲンランプ 1 本	142 0W	71%
第 3 図の光学系	2KW 石英ハロゲンランプ 2 本	170 0W	43%

第 1 表 光学系の比較 (10 φ 結晶の加熱の場合)

第 2 図の光学系はランプから放出された光のほとんど全部が集中されるので効率が非常に高い。しかしランプを 1 個しか使用していないので結晶に照射される全エネルギーは少い。また、第 3 図の装置のようにフィラメント 3'' および 3' のコイル中心軸が回転楕円面鏡 1'' および 1' の回転軸と直交するように、石英ハロゲンランプ 2''' および 2''' を設けた場合、石英ハロゲンランプ 2''' および 2''' から放出された光のうち前方 (矢印 A と B の間の範囲) に放出される光は集中されない。

石英ハロゲンランプからの発光強度分布は第 4 図に示すようにフィラメントのコイル軸に対して直角の方向に最も強く、コイル軸の方向にほとんど光が放出されていない。

従つて、第 3 図の光学系の場合発光強度の最も強い方向の光が集光されないので第 1 表に示されたように第 3 図の光学系は効率が最も低い。

それに対して、本発明装置の光学系のように、フィラメント 3 および 3' のコイル軸が回転楕円面鏡 1 および 1' の回転軸と一致するように石英ハロゲンランプ 2 および 2' が設けられている場合には第 1 図に示されたように前方 (矢印 C と D の間の範囲) に放出される光は集中されない。しかしこの範囲は発光強度の非常に低い部分であるので、本発明の加熱装置は第 3 図の加熱装置よりも効率が低い。

またランプを 2 本使用しているので結晶に照射される全エネルギーは第 1 表に示されているよ

7

うに3者のうちでは最も多い。

このように本発明の装置は比較的効率の高い光学系を使用しかつランプを2本使用しているので、結晶に照射されるエネルギー量が大きく、直径の大きな結晶を成長させること、あるいは5 融点の高い結晶を成長させることが可能である。

ちなみに、第2図の装置では融点 1650°C のMn-Znフェライトの直径最大 12ϕ の単結晶を成長させることができたのに対して本発明の装置では最大 15ϕ のMn-Zn単結晶フェライ10 トを成長させることができる。また本発明の装置では融点 1915°C のカルシウムチタネイト 10ϕ の素材を融解させることも可能である。

(B) エネルギー照射密度が熔融域17の円周方向に対して非常に均一である。

熔融域17に照射されるエネルギーの分布を電子計算機を使用してシミュレートした結果を第5図に示す。

このように本発明の加熱装置は熔融域17の円周方向の照射密度の分布が第2図の加熱装置20と比較して格段に優れていることがわかる。

熔融域の内部の温度分布を均一にするために前述のように結晶成長の際には種結晶11および素材棒14を回転させるのであるが、第2図の加熱装置を使用した場合には照射密度分布が25 非常に不均一であるために種結晶と素材棒を30RPMで回転させた場合にもなお熔融域内において $\pm 0.6^{\circ}\text{C}$ の周期的な温度変化が生ずる。

一方本発明の装置の場合には、30RPMで回転させることにより熔融域17内の温度の20 変化を $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 以下におさえることができる。

このように本発明の装置を使用することにより熔融域17内の温度変化を非常に低くすることができるので非常に組成の均一な欠陥の少ない結晶を成長させることができる。

本発明の結晶製作装置は前述べた2つの大きな特長と、最初に述べたタングステンフィラメントランプを熱源として使用したことに伴う特長、およびフローティングゾーン方式に伴う特長とを合せ持つので非常に優れた結晶製作の40 手段を提供することになる。

なお本発明の装置を真に実用的な装置とするためにはさらに二、三の点について考慮する必要があるためそれ等の点について以下で説明す

8

る。

石英ハロゲンランプ2および2'は前述のように高出力の割に小型で長寿命という特長を持つのであるが、本発明のような非常に苛酷な条件の下で点燈するとわずか数分でフィラメントが切断する。ハロゲンサイクルが適正に作用するためには石英ハロゲンランプの石英管が $200^{\circ}\text{C}\sim 1000^{\circ}\text{C}$ の範囲に保たれる必要があるが、本発明あるいは第2図、第3図に示されたような状態で点燈すると、石英管は 1300°C 以上に加熱されるためハロゲンサイクルが適正に作用しなくなる。そのためわずか数分でフィラメントが切断するのである。

このような欠点を改善するために石英ハロゲン15 ランプ2および2'を冷却することにより石英ハロゲンランプ2および2'の石英管の温度を適正な範囲に保つ必要がある。

第1図において51、52、53、54は反射鏡1および1'の内部に空気を吹き込むための口金である。これらの口金51、52、53、54等から適量の空気を反射鏡1および1'の内部に吹き込むことによつて石英ハロゲンランプ2および2'等の表面の温度を適正な範囲に保つことが可能となる。回転筒面鏡1および1'の内容積が各々約3ℓの場合、合計毎時1000ℓの空気を吹き込むことにより石英ハロゲンランプ2および2'の石英管の温度を約 300°C に保つことが可能となり、寿命を100時間程度にすることができた。

また空気を反射鏡1および1'の内部に吹き込む代りに逆に同量の空気を吸い出しても全く同様の効果が得られた。

また、空気を吹き込む代りに窒素ガス等の不活性ガスを吹き込むと反射鏡1および1'の反射面の酸化を防止できるのでより好ましい。また口金51、52、53、54等のうちいくつかから冷却用気体を吹き込み、残りの口金から吸い出して冷却することも可能である。

以上のように石英ハロゲンランプ2および2'の冷却のため反射鏡1および1'の内部の空気を常に交換しても種結晶11、素材棒14は石英管40に覆われているのでなんらの影響を受けない。

なお、ランプの表面に高速の気流を直接吹き付けると少ない空気流量で冷却が可能となるが、ラ

ンプの石英管の表面が局部的に冷却されることになり、かえつてハロゲンサイクルが不調になる原因となるので好ましくない。

端子4および4'は石英ハロゲンランプ2および2'からの光を吸収するし、端子4および4'の石英管40に近い部分は熔融域17からの輻射光を吸収するのでかなり高温になり酸化して腐蝕する。従つて、端子4および4'は白金等の非常に耐熱性の高い材質で構成するか、あるいはパイプで構成して内部に水を流して冷却するのが好ましい。

第1図においては端子の形状をコの字型にしたが、第6図あるいは第7図のような形状にすることも可能である。しかしいずれの場合も第1図の場合と同様耐熱性の高い材質で構成するか冷却を考慮する必要がある。

第1図においては石英ハロゲンランプ2および2'の光は約1/2が種結晶11、素材棒14、熔融域17で吸収されるが、その大部分は熔融域17の近傍から再び輻射として放出され大部分が反射鏡1および1'の内部で繰返し反射しているうちに全部吸収されてしまう。また残りの1/2も反射鏡1および1'の内部で繰返し反射するうちに全部吸収される。

従つて、反射鏡1および1'はランプ2'および2'からの光のほとんど大部分を吸収することになり、かなり高温に加熱され酸化して反射率が急速に低下する。従つて、反射鏡1および1'の冷却が不可欠になる。

第1図において61、61'等は水冷用のパイプで反射鏡1および1'の外側に密着されている。このようにすることによつて反射鏡の酸化を防止することができる。

以上述べたとき諸点を考慮して本発明の装置を構成すれば前述のような数多くの特長を持つ非常に実用性の高い結晶製作装置を実現することができる。

なお、第1図においては2つの回転楕円面鏡1および1'の第2の焦点 F_2 および F_2' が対向するように対向して設けられている場合が説明されている。しかし、電子計算機によるシミュレーションの結果、上記2つの焦点 F_2 および F_2' が成長させるべき結晶の直径程度であれば、ずれていても、結晶に照射される全エネルギー量と熔融域における円周方向の照射密度分布には何等影響が無

いことが判つた。

また、反射鏡1および1'は各々の第2の焦点 F_2 および F_2' を含む平面で切断される必要はないが、反射面積が少くなると、集光の効率が低下するのでなるべく F_2 あるいは F_2' の近傍で切断した方が好ましい。

また、第1図においては石英ハロゲンランプ2および2'のフィラメント3および3'の中心が回転楕円面鏡1および1'の第1の焦点 F_1 および F_1' 上に位置するように設けられている場合が説明されているが、電子計算機によるシミュレーションの結果、回転楕円面鏡1および1'の回転軸 F_1-F_2 あるいは $F_1'-F_2'$ に沿つてはフィラメント3および3'のコイルの長さの1/4程度、また回転楕円面鏡1および1'の回転軸 F_1-F_2 あるいは $F_1'-F_2'$ と直角方向にはフィラメント3あるいは3'のコイル直径の1/2程度であれば上記の位置からずれても大した影響がないことがわかつた。また、熔融域17に照射されるエネルギーの分布の均一さの点では2つの回転楕円面鏡1および1'の寸法が等しいことが望ましいが、回転楕円面鏡1と1'の寸法が異つていてもエネルギー照射分布の均一性が少々くずれるだけで結晶製作装置としての機能は何等そこなわれることはない。

図面の簡単な説明

第1図は本発明の一実施例を示す図で、1および1'は各々2つの焦点 F_1 、 F_2 および F_1' 、 F_2' を持つ回転楕円面鏡、2および2'は石英ハロゲンランプ、3および3'は石英ハロゲンランプ2および2'のフィラメント、4および4'は石英ハロゲンランプを支持する端子、11は種結晶、14は素材棒、17は熔融域、40は石英管、51、52、53、54はランプ冷却用ガスの導入口を各々示す。第2図は結晶製作装置用の熱源として使用される他の形式の加熱装置で、1''は2つの焦点 F_1'' 、 F_2'' を持つ回転楕円面鏡、2''は石英ハロゲンランプ、3''は石英ハロゲンランプ2''のフィラメント、11'は種結晶、14'は素材棒、17'は熔融域を各々示す。第3図はさらに別の形式の加熱装置で、1'''および1'''は各々2つの焦点 F_1''' 、 F_2''' および F_1''' 、 F_2''' を持つ回転楕円面鏡、2'''および2'''は石英ハロゲンランプを示す。第4図は石英ハロゲンラン

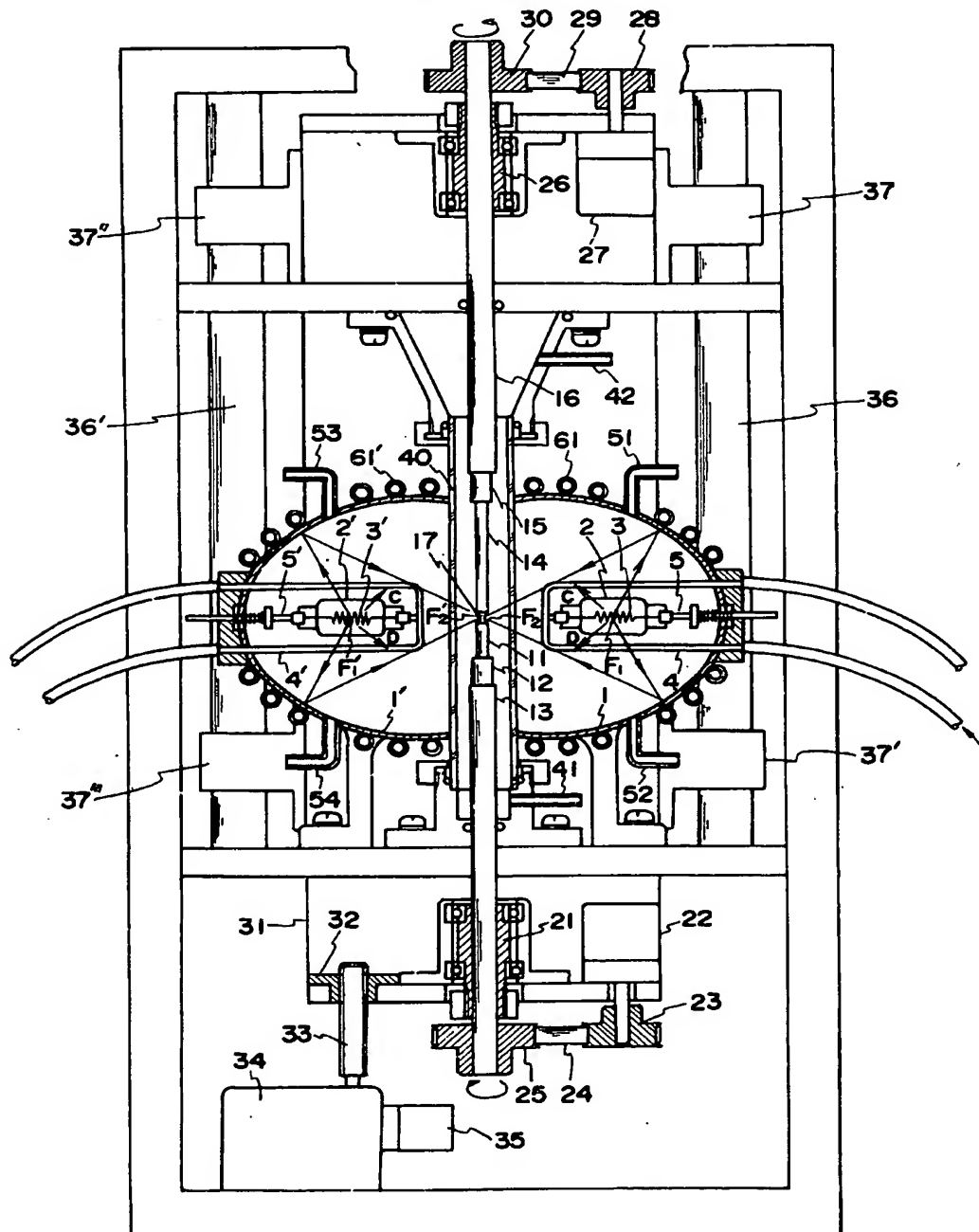
11

ブの発光強度分布を示すグラフを示し、第5図は本発明の装置および第2図の装置において溶融域17あるいは17'に照射されるエネルギーの分布を示すグラフである。第6図および第7図は石

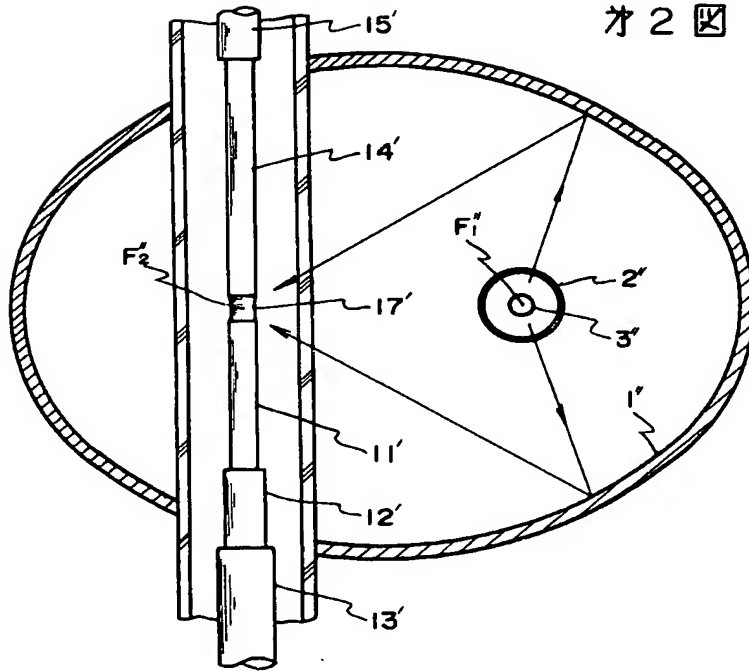
12

英ハロゲンランプを支持するための他の形式の端子の形状を示す図で、1は回転楕円面鏡、2は石英ハロゲンランプ、3は石英ハロゲンランプのフィラメント、4''および4'''は端子を示す。

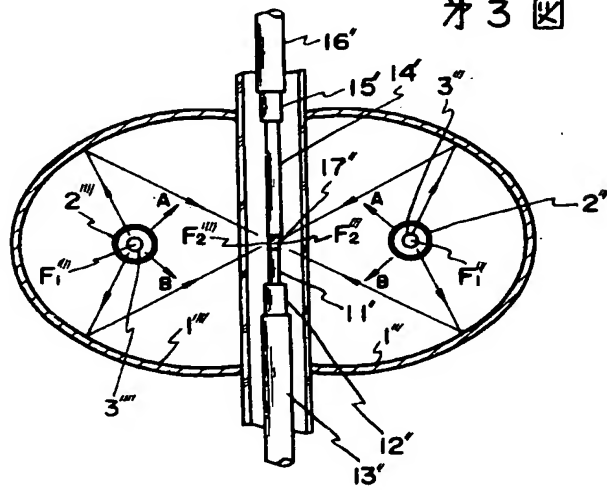
図1



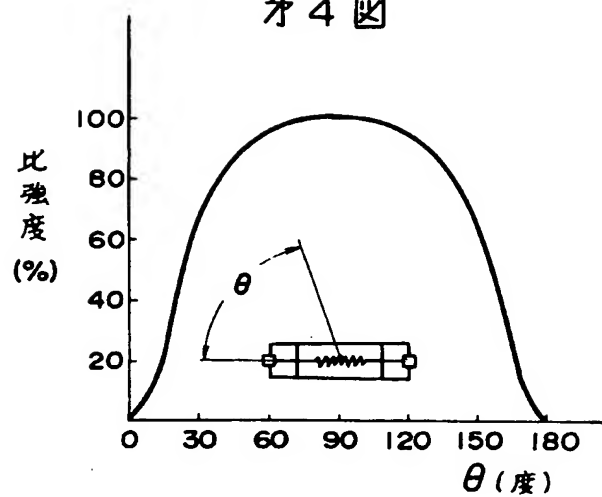
才2図



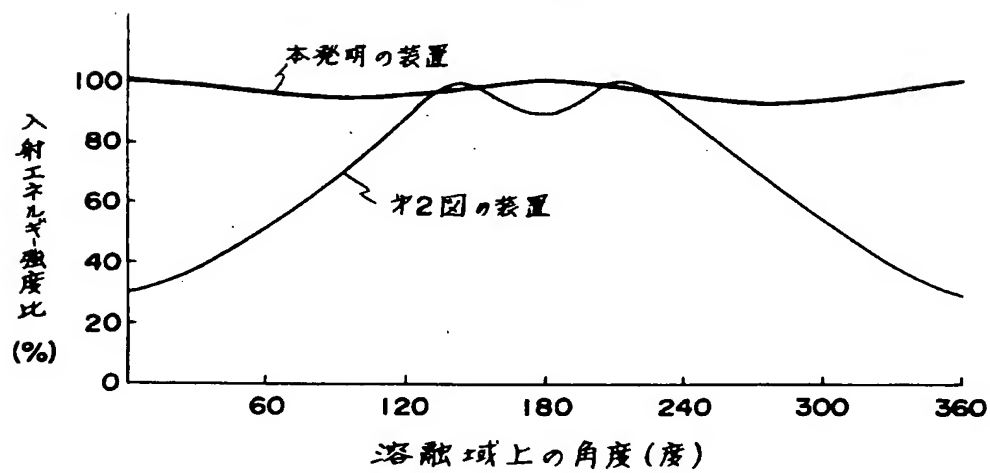
才3図



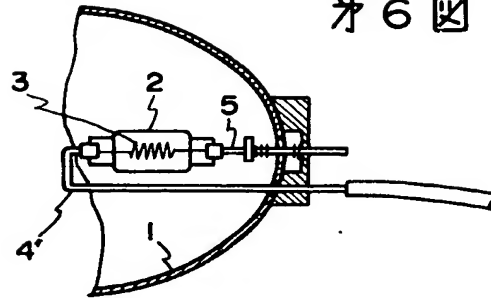
才4図



才5図



才6図



才7図

